

Bibliotheek
Proefstation
Naaldwijk

A
2
R
56

EFSTATION VOOR DE GROENTEN- EN FRUITTEELT ONDER GLAS,
TE NAALDWIJK.

Potentiometrische titratie van chloride.

door:
v.
H.A.J. Rodijnen.

Naaldwijk, 1968.

223504 - opnieuw

A
B
R
56

Een potentiometrische indicatie van het eindpunt bij een titrimetrische bepaling van chloride heeft ten opzichte van de gebruikelijke mercurimetrische bepaling met als indicator diphenylcarbazone, verschillende voordelen.

- 1) de moeilijkheden die dikwijls ontstaan bij het bereiden van de indicator i.v.m. kwaliteitsverschillen en z.g. terugkleuren van de indicator tijdens de titratie vervallen.
- 2) een eigen kleur van het monster stoort niet.
- 3) titratie direct in de suspensie is mogelijk bij gewasonderzoek.
- 4) mogelijkheden tot automatisering door aansluiting van titrator, schrijver, e.d. voor het routineonderzoek.
- 5) verlaging van de normaliteit van de titervloeistof van 0,01 n tot 0,005 n (bij de bepaling met de kleurindicator niet uitvoerbaar door een te grote titratiefout) waardoor bij het routineonderzoek minder extract in bewerking genomen kan worden, (voor veengronden belangrijk), behoort eveneens tot de mogelijkheden.

Als indicatie-apparaat wordt een pH/mV-meter gebruikt, de titreervloeistof is AgNO_3 . Op twee manieren is indicatie van het eindpunt bij de titraties mogelijk.

- A. Indien een indicator- en een referentie-elektrode gebruikt worden kan getitreerd worden tot de equivalentie uitslag (e.u.); dit is de mV uitslag waar het equivalentiepunt zich bevindt. Dit punt wordt vastgesteld door grafisch uitzetten van de uitlagen van het indicatie-apparaat tegen de toegevoegde hoeveelheid titreervloeistof, b.v. bij titratie van een NaCl oplossing. Het resultaat is een normale S-vormige curve. Op het midden van het rechte steile deel van de curve ligt het equivalentiepunt. Als indicator-elektroden worden een silver-silverchloride, of een silver elektrode toegepast.

Als referentie-elektroden worden in combinatie met een silverelektrode een silver-silverchloride (lit 1) of een calomel-elektrode met KNO_3 brug (lit 2) toegepast. In combinatie met een silver-silverchloride-elektrode wordt een calomelelektrode met KNO_3 brug (lit 3) of een glaselektrode (lit 4) toegepast.

- B. Indien twee identieke inerte metaalelektroden toegepast worden zal bij titratie de wijzer van het indicatie-apparaat eerst langzaam oplopen, bij het eindpunt van de titratie staat de wijzer stil om vervolgens bij overmaat reagens weer te dalen (de z.g. dead stop-end point methode). Als elektroden worden twee silver-silverchloride-elektroden toegepast. (lit 5).

Titraties met de onder A genoemde indicatie van het eindpunt.

Om de toepassingsmogelijkheden van een dergelijke methode te onderzoeken is het voorschrift: „Titrimetrische bepaling van chloride (voor meer dan 0,1% chloride in plantenmateriaal)“ in gebruik bij het I.C.W. te Wageningen (lit 2), als leidraad genomen.

Apparatuur:

indicator-elektrode: zilverelektrode, Elektrofact, type no 17060.

referentie-elektrode: calomel-elektrode, Elektrofact, met KNO_3 brug.
pH /mV-meter, Elektrofact, type 53A.

Metrehm Kolbenburette E 274. Inhoud 5 ml, nauwkeurigheid van aflesing 0,005 ml.

magnetische roerder.

Voor de titraties heeft men met de pH/mV-meter, type 53A, keuze uit twee meetbereiken.

a) Het meetbereik voor de bepaling van potentiaalverschillen tussen 0 en ± 700 mV. Dit meetbereik wordt verkregen door indrukken van een van de mV toetsen "Fixed-Zero".

b) Het meetbereik dat verkregen wordt door indrukken van de toets pH 0-7. Afgelzen wordt van de schaal 0-700 mV, de werkelijke waarden liggen van 0 tot ± 420 mV. (pH schaaldeel is ± 60 mV).

Door de grotere nauwkeurigheid in aflesing wordt aan het laatstgenoemde meetbereik de voorkeur gegeven. Een nadeel is echter dat dit meetbereik integenstelling tot het andere geen vast nulpunt heeft, waardoor de equivalentie-uitslag meer aan verschuiving onderhevig is.

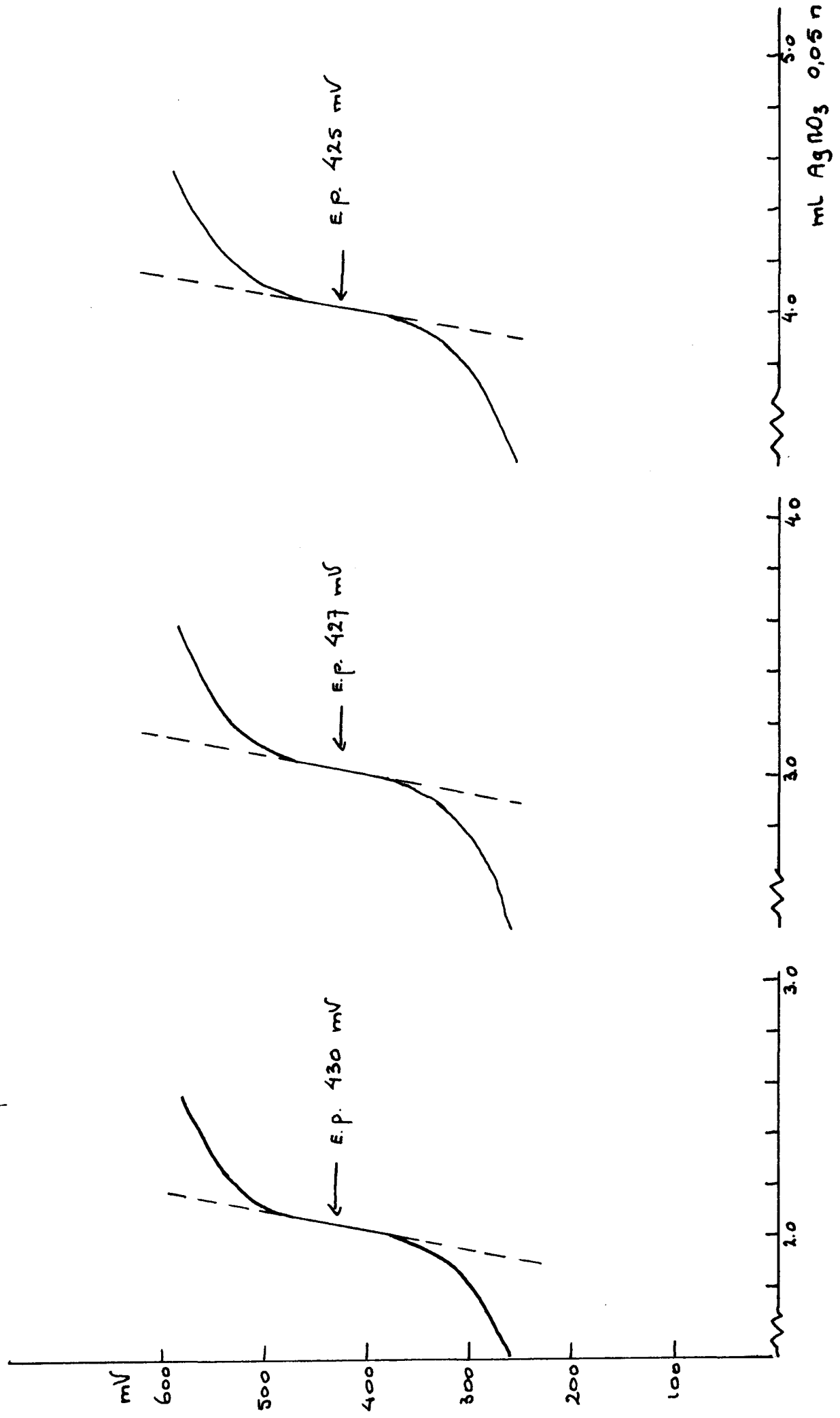
Onderzoek.

1) M.b.v. titratiecurven van 0,10, 0,15 en 0,20 nval NaCl met AgNO_3 , 0,05 n zijn de equivalentieuitslagen gemakkelijk te bepalen (figuur 1). Het verschil tussen de equivalentieuitslagen bedraagt maximaal 5 mV, hetgeen overeenkomt met $\pm 0,0005$ nval NaCl .

Bij titratiecurven van 0,02, 0,03 en 0,05 nval NaCl met 0,01 n AgNO_3 , bedraagt het verschil tussen de equivalentieuitslagen eveneens maximaal 5 mV, hetgeen overeenkomt met $\pm 0,0002$ nval NaCl (figuur 2).

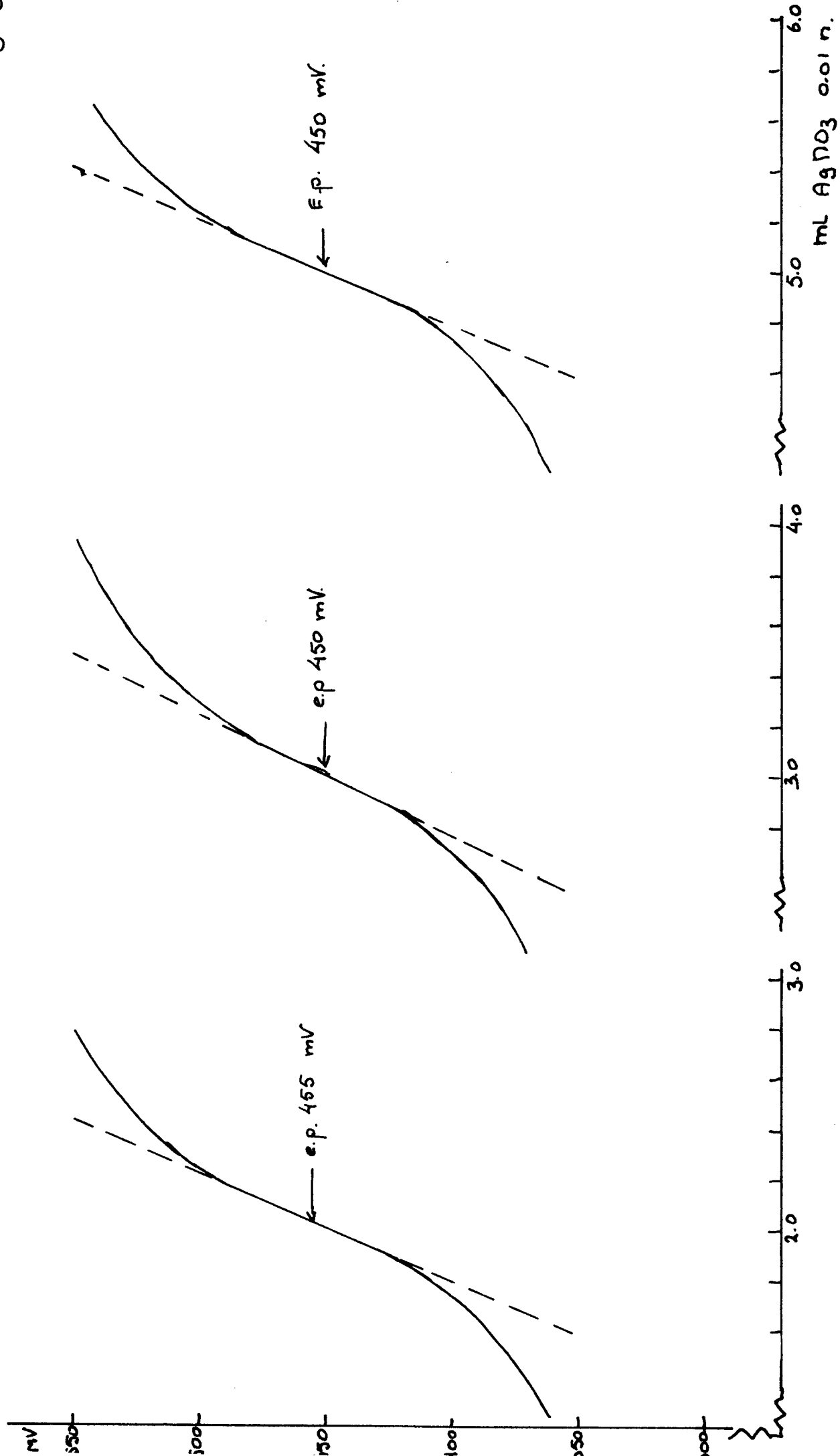
Bij titratiecurven van 0,010, 0,015 en 0,020 nval NaCl met 0,005 n AgNO_3 , bedraagt het verschil tussen de equivalentieuitslagen maximaal 6 mV, hetgeen overeenkomt met 0,0002 nval NaCl (figuur 3).

Figuur 1 Titratiecurven van resp. 2.0; 3.0 en 4.0 ml 0,05 n NaCl met 0,05 n AgNO_3 .

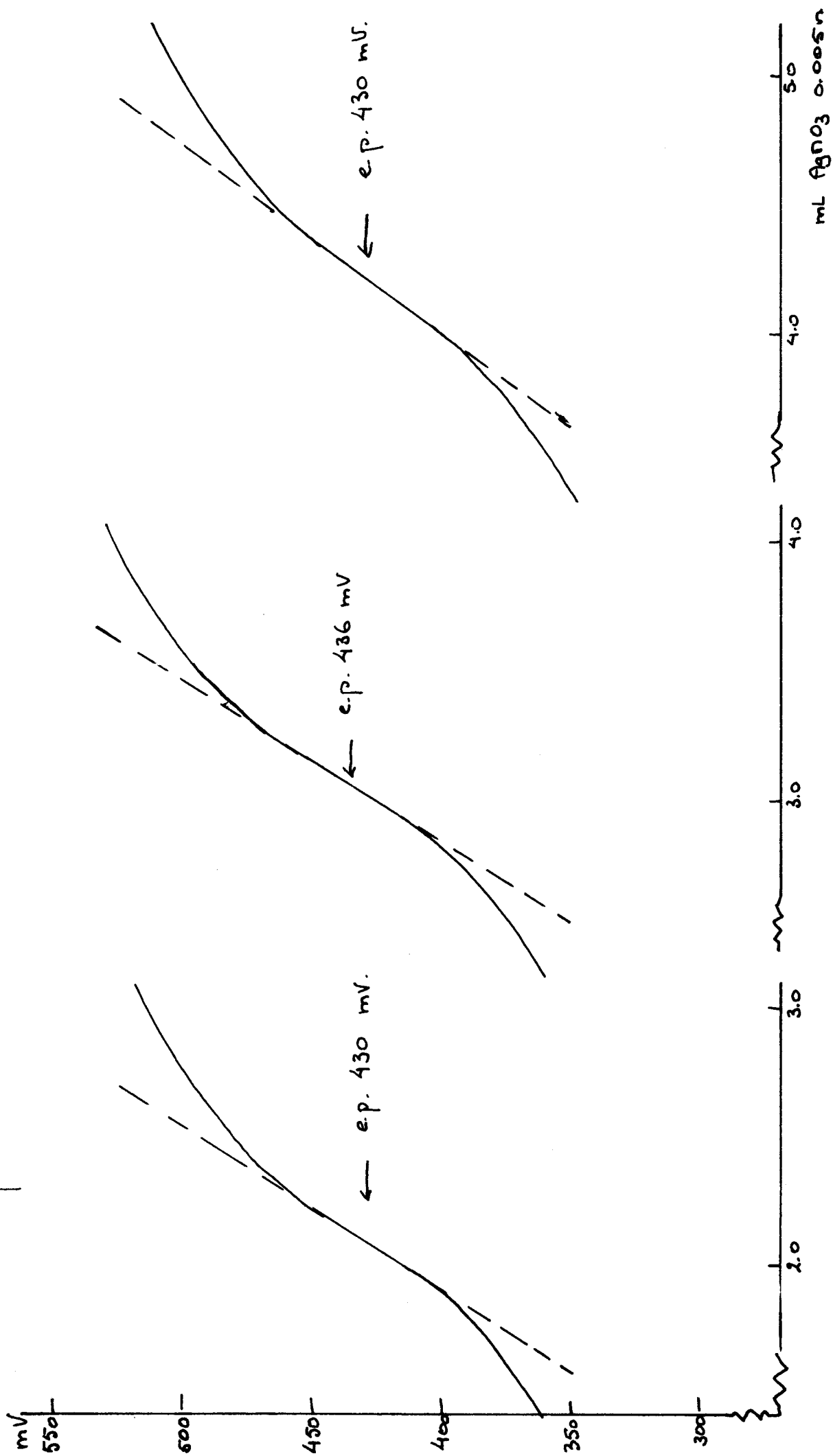


figuur 2

Titratiecurven van resp. 2.0; 3.0; en 5.0 ml 0.01 n NaCl met 0.01 n AgNO_3



Figuur 3. Titratiecurven van resp 2,0 ; 3,0 en 4,0 ml NaCl 0,005n met AgNO_3 0,005n.



Bij deze titraties zijn de NaCl oplossingen, variërend van 2 tot 5 ml aangevuld met 40 ml HNO_3 0,20 n, welke concentratie gekozen is uit literatuurgegevens. De HNO_3 concentratie is bij de diverse bepalingsmethodieken zeer uiteenlopend nl. van 0,02 n tot \pm 0,5 n. Voor de titreertechniek is een volume van \pm 50 ml noodzakelijk. Gezien de gunstige resultaten met de titratiecurven van 0,005 n AgNO_3 worden verdere titraties met deze normaliteit verricht. Bovendien kan dan ook met geringere hoeveelheden extract worden volstaan.

2) De invloed van de salpetersuureconcentraties.

Titratie in salpetersuur-milieu is noodzakelijk voor een rustiger titratieverloop. Bij titraties van NaCl-oplossingen aangevuld met salpetersuur van verschillende normaliteiten, te weten: 0,01 n, 0,02 n, 0,05 n, 0,10 n en 0,20 n met AgNO_3 0,005 n zijn geen verschillen in het titratieresultaat geconstateerd. De hierna volgende titraties zullen verricht worden na aanvullen met HNO_3 0,02 n.

3) Bepaling van het eindpunt van de titratie.

De schaal van het gekozen meetbereik (pH 0-7) bezit geen vast nulpunt. De equivalentie-uitslag is dan ook aan verschuiving onderhevig, hetgeen blijkt uit de resultaten in tabel 2.

dag	equivalentie uitslag (mV)
1	460
2	458
5	452
7	451

tabel 2. Bepaling van de equivalentie-uitslagen (in tweevoud) op verschillende dagen.

Om te vermijden dat dagelijks bij titratie van monsters eerst de equivalentie-uitslag bepaald moet worden, door het uitzetten van een curve, welke bepaling bewerkelijk is en daarom ongeschikt voor het routine-werk, kan gebruik gemaakt worden van de meteruitslag van een AgCl-suspensie als indicatie van het eindpunt (lit 3). Deze AgCl-suspensie wordt als volgt bereid: Sla AgCl neer door 100 ml 0,1 n NaCl te mengen met 100 ml 0,1 n AgNO_3 . Een lichte overmaat van chloor- of van silverionen geeft een goed neerslag. Breng de oplossing in een bruine fles en vervang de bovenstaande vloeistof dagelijks door gedemineraliseerd water gedurende ca. 10 dagen, om overmaat silver- of chloorionen te verwijderen.

Ca. 5 ml van deze suspensie toegevoegd aan 40 ml $\text{HNO}_3 \pm 0,3 \text{ n}$ is voldoende om de meteruitslag vast te stellen. Een geringe afwijking van deze meteruitslag met de equivalentie-uitslag is toelaatbaar omdat de fout bij titratie tot een punt bij het midden van het stijgende deel van de titratiesurve erg klein is. Zo bedraagt de fout bij titratie met resp. 0,05 n, 0,01 n en 0,005 n tot een punt met een afwijking van $\pm 10 \text{ mV}$ van de equivalentie-uitslag $\pm 0,02 \text{ ml}$, $\pm 0,04 \text{ ml}$ en $\pm 0,06 \text{ ml}$ (fig 1, 2 en 3). Omdat de AgCl-suspensie, in donker bewaard constant is, kan voor te grote afwijking van het equivalentiepunt een correctie worden toegepast.

4) De invloed van de temperatuur.

Van AgCl suspensie zijn bij verschillende temperaturen de meteruitslagen bepaald a) met temperatuurinstelling op de pH/mV meter b) zonder temperatuur instelling (instelpotentimeter voor de temperatuur geheel naar links).

In tabel 1 staan de meteruitlagen gegeven, gemiddelden van dubbele metingen.

temp. °C	met	zonder
	temperatuurinstelling	
16	476	478
17	474	478
18	472	478
19	470	477
20	468	477
21	466	477
22	465	476
23	463	476
24	462	476
25	460	476

tabel 1. Meteruitlagen van AgCl suspensies bij verschillende temperaturen, met en zonder instelling van de temperatuur op de pH /mV meter.

Uit de resultaten zonder temperatuurinstelling blijkt dat door temperatuurvariaties de meteruitlagen slechts weinig verschuift. Uit de resultaten met temperatuurinstelling blijkt dat de instelpotentimeter voor aanpassing van de pH meter aan de door temperatuurvariaties optredende elektroden gevoeligheidsafwijkingen uitsluitend van toepassing is voor de glaselektrode bij de pH meting en niet van toepassing is voor de zilverelektrode bij deze metingen.

Titraties met behulp van andere elektrodecombinaties (een silver met een silver-silverchloride of een silver-silverchloride met een calomel-elektrode met KNO_3 brug) zijn niet of nauwelijks uit te voeren door geringe meetbare verschillen tussen de meteruitslagen, althans met onze pH meter Elektrofact type 53A.

Titraties met de onder B genoemde indicatie van het eindpunt.

Om de toepassingsmogelijkheden van deze methode te onderzoeken is het voorschrift: "Onderzoek methoden voor veen, turfstrooisel en tuinturf" in gebruik bij het instituut voor bodenvruchtbaarheid te Groningen (lit 5) als leidraad genomen.

Apparatuur

twee silver-silverchloride elektroden, Elektrofact, type no 17093.
verdere apparatuur zie onder A.

Onderzoek.

Hoewel volgens de handleiding van Elektrofact de pH /mV-meter 53A geschikt is voor dead stop-end point titraties, konden wij de bepaling zowel met twee silver-silverchloride als met twee silverelektroden niet uitvoeren. Bij de titraties traden slechts zeer geringe verschillen in meteruitslagen op, terwijl bij overmaat reagens de wijzer niet daalde.

Het onderzoek is daaron voortgezet met de silverelektrode en de calomel-elektrode met KNO_3 brug.

Toepassing grondonderzoek.

Voor het grondonderzoek luidt het voorlopige analysevoorschrift. Van het filtraat 10.0 ml afpipetteren in een bekerglaasje van 100 ml. Toevoegen \pm 40 ml HNO_3 0,02 n en een roerstaafje voor de magnetische roerder. Bepaal de meteruitslag van de AgCl suspensie (meteruitslag X). Titreer rustig onder constant roeren met AgNO_3 0,005 n tot de wijzer van de pH /mV meter de uitslag X bereikt. Een blanco bepaling meenemen.

In tabel 3 staan NaCl gehalten gegeven (mg /100 g l.d. grond) van een serie monsters bepaald mercurimetrisch volgens routineonderzoek en potentiometrisch volgens bovengenoemd voorschrift. De bepalingen zijn in het zelfde extract uitgevoerd.

nr.	mercuri metrisch	potentie metrisch	nr	mercuri metrisch	potentie metrisch
BO 69001	14.-	15.-	13	45.-	44.-
2	14.-	15.-	14	30.-	30.-
3	34.-	36.-	15	33.-	29.-
4	20.-	20.-	16	41.-	42.-
5	20.-	20.-	17	7,8	3,6
6	55.-	58.-	18	6,6	1,0
7	49.-	50.-	19	11.-	10.-
8	39.-	40.-	20	13.-	13.-
9	32.-	31.-	21	19.-	15.-
10	33.-	29.-	22	15.-	14.-
11	91.-	95.-	23	10.-	10.-
12	59.-	58.-	24	115.-	113.-

tabel 3. mg NaCl /100 g l.d. droog bepaald mercurimetrisch volgens routineonderzoek en potentiometrisch.

Over het algemeen bestaat er goede overeenstemming tussen beide methoden, behalve bij de lage gehalten (nr 17 en 18). Dit was aanleiding om een aantal oplossingen met een laag NaCl gehalte zowel mercurimetrisch als potentiometrisch te titreren. Geprobeerd werd van deze potentiometrische titraties curven op te nemen, hetgeen echter met deze lage gehalten niet uitvoerbaar was. Getitreerd is daarom tot het equivalentiepunt, dat vooraf m.b.v. de titratiecurve van 0,020 nval Cl^- bepaald werd. In tabel 4 staan van beide methoden de resultaten vermeld.

nval Cl^- voorgelegd \equiv mg NaCl/100 g ^x) l.d. grond		nval Cl^- bep. mercurimetrisch	nval Cl^- bep. potentiometrisch \equiv mg NaCl/ 100 g ^x) l.d. grond	
0.0010	2.9		0.0005	1.5
0.0015	4.4	0.0015	0.0011	3.2
0.0020	5.9	0.0020	0.0018	5.3
0.0030	8.8	0.0030	0.0030	8.8
0.0040	11.7	0.0040	0.0040	11.7
0.0050	14.6	0.0050	0.0050	14.6

tabel 4. Titraties van oplossingen met laag gehalte, mercurimetrisch en potentiometrisch, met AgNO_3 0.005 n.

x) Bij titratie met 0,005 n AgNO_3 , waardoor van 1:5 extracten 10 ml in bewerking genomen behoeft te worden (extractbesparing), is x) de hoeveelheid voorgelegd en xx) de hoeveelheid bepaald uitgedrukt in mg $\text{NaCl}/100$ g l.d. grond.

Vit deze gegevens blijkt dat bij titraties van oplossingen met een gehalte $< 0,0030$ mval Cl^- met AgNO_3 0,005 n, de toegepaste potentiometrische methode te lage resultaten geeft.

Een herhaling van deze potentiometrische titraties (in tweevoud), nu echter met 0,01 n AgNO_3 , leverden de volgende resultaten op.

mval Cl^- voorgelegd	mg $\text{NaCl}/100$ g ^{x)} l.d. grond	mval Cl^- bep. potentiometrisch	mg $\text{NaCl}/100$ g ^{xx)} l.d. grond
0.0010	1.2	0.0008	0.9
0.0015	1.8	0.0014	1.6
0.0020	2.3	0.0018	2.1
0.0025	2.9	0.0024	2.8
0.0050	5.9	0.0049	5.7
0.0075	8.8	0.0075	8.8
0.0100	11.7	0.0100	11.7

tabel 5. Potentiometrische titraties van oplossingen met laag Cl^- gehalte met AgNO_3 0,01 n.

x) Bij titratie met 0,01 n AgNO_3 , waardoor van 1:5 extracten 25 ml afgepipetteerd moet worden, is x) de hoeveelheid voorgelegd en xx) de hoeveelheid bepaald, uitgedrukt in mg $\text{NaCl}/100$ g l.d. grond.

Ook hier blijkt dat de potentiometrische bepaling tot 0,0075 mval Cl^- systematisch iets te laag is, echter zowel bij de titratie met 0,005 n AgNO_3 als met 0,01 n AgNO_3 zijn deze verschillen voor de bemestingsadvisering van gering belang.

Om een duidelijk beeld te krijgen van de nauwkeurigheid van deze methode zal het echter wenselijk zijn een groter aantal monsters zowel mercurimetrisch als potentiometrisch te onderzoeken.

2) Gewasonderzoek.

Chloriden in gewasmonsters zijn oplosbaar in water. Om filtratie en ontkleuring van het gewasextract te vermijden wordt gebruik gemaakt van een titratie direct in de suspensie, met een potentiometrische indicatie van het eindpunt.

Salpetersuur als oplosmiddel vermindert de invloed van activiteitscoëfficiënten en maakt daarenboven de titratie veel rustiger dan alleen in water. De gevolgde bepalingsmethodiek is gelijk aan die van het I.C.W. te Wageningen (lit 2). De hoeveelheid gewas welke afgegeven wordt (1 gram) is verminderd tot 100 mg, de normaliteit van het AgNO_3 is van 0,05 tot 0,01 verlaagd. Het eindpunt van de titratie wordt bepaald door het bereiken van de meteruitslag welke overeenstemt met die van de AgCl suspensie.

Voor het gewasonderzoek luidt het voorschrift derhalve: Van het gewas 100 mg afwegen en brengen in een bekerglaasje van 100 ml. Toevoegen ± 40 ml HNO_3 $\pm 0,5$ n en een roerstaafje voor de magnetische roerder. Bepaal de meteruitslag van de AgCl suspensie. (meteruitslag X). Titreer rustig onder constant roeren met AgNO_3 0,01 n tot de wijzer van de pH /mV-meter de uitslag X bereikt. Een blanco bepaling meenemen.

Gebleken is dat na toevoegen van het oplosmiddel (HNO_3) direct getitreerd kan worden. Om alle gewasdeeltjes te bevochtigen kan voor de titratie het bekerglaasje even omgezwenkt worden. Tegen het eind van de titratie kunnen gewasdeeltjes aan de wand van het bekerglaasje door afsputten met gedemineraliseerd water verwijderd worden, waarna tot het eindpunt getitreerd kan worden.

In tabel 4⁶ en 5⁷ staan chloridegehalten gegeven van gewasmonsters volgens de mercurimetrische (Naaldwijk) en potentiometrische methode. Bij de monsters van de uitwisselingsronde zijn ook de resultaten van het lab te Wageningen opgenomen.

Uitwisselingsronde

nov-dec.	Wageningen	Naaldwijk	Potentiometrisch
647	4.7	4.6	4.6
648	48.6	48.8	49.9
649	45.8	44.7	46.5
650	4.8	3.6	4.4
651	14.8	13.4	14.5
652	11.8	10.6	12.0
Gem.	21.8	21.0	22.0

jan-febr.	Wageningen	Naaldwijk	Potentio-metrisch
687	0.6	0.2	0.2
688	45.7	45.7	46.4
689	21.2	21.2	21.5
690	12.6	12.0	12.2
691	45.9	45.5	45.9
692	4.8	4.6	4.3
Gen.	21.8	21.5	21.8
maart-april			
711	39.3	38.0	39.9
712	56.6	57.7	57.7
713	45.7	46.7	46.4
714	46.1	45.8	46.3
715	0.3	0.1	0.2
716	52.6	53.6	53.2
Gen.	40.1	40.3	40.6

label 4⁶ Chloride gehalte van gewaamsters mval /100 g stoof-droog materiaal van de uitwisselingsronde bepaald door wagenin-gen, Naaldwijk (mercurimetrisch) en bepaald volgens de potentio-metrische methode.

Lab.nr.	mercurimetrisch	potentiometrisch
403	3.13	3.35
404	3.55	3.56
405	3.92	4.14
406	2.78	2.83
407	3.02	3.04
408	3.01	3.00
409	2.59	2.36
410	2.21	2.31
411	2.25	2.21
412	2.03	2.11
413	2.37	2.36
444	1.41	1.71
415	1.63	1.62
416	1.67	1.63
417	1.63	1.66
B1	1.94	2.17 ^x
Gem.	2.43	2.50

Tabel 5⁷ Chloridegehalten van gewasmonsters (%), volgens de mercurimetrische en potentiometrische methode bepaald.

^xVoor het standaardmonster wordt gemiddeld 2,2% Cl gevonden.

Uit de cijfers blijkt dat er goede overeenstemming bestaat tussen de mercurimetrische en de potentiometrische methode. Uit de cijfers van de monsters van de uitwisselingsronde blijkt dat in plaats van de gebruikelijke mercurimetrische, deze snelle potentiometrische methode zonder bezwaar kan worden toegepast. Wel zijn bij zeer lage gehalten ($< 0,1\%$ = ± 3 mgal / 100 g) de cijfers evenals bij grond, te laag. Deze weinig voorkomende lage gehalten kunnen gemakkelijk juist bepaald worden door een grotere hoeveelheid gewas in bewerking te nemen.

Met ingang van 8-5-'68 is de mercurimetrische chloride bepaling in gewas vervangen door de potentiometrische.

Samenvatting.

Het onderzoek naar een potentiometrische bepaling van chloride leverde een methode op welke zeer geschikt is voor het gewasonderzoek. Titratie direct in de suspensie is het grote voordeel.

De methode is zeker zo nauwkeurig als de gebruikelijke mercuri-
metrische methode en bovendien beduidend sneller, omdat een bewerke-
lijke voorbehandeling vervalt. Tussen de potentiometrische en mercuri-
metrisch bepaalde chloridegehalten in 1:5 extracten bestaat eveneens
goede overeenstemming. De methode is echter bij zeer lage NaCl gehal-
ten zowel bij de bepaling in gewas ($< 0,1\%$) als bij de bepaling in 1:5
extracten ($< 8,6$ mg NaCl /100 g l.d. grond) systematisch iets te
laag. Met geschikte apparatuur komt de bepaling voor automatisering
wel in aanmerking.

Literatuur:

1. Nelson, P.A.: Journal of the A.O.A.C. 43, 518 (1960).
2. I.C.W. te Wageningen: Titrimetrische bepaling van chloride.
3. American Society of Agronomy: Methods of Soil Analysis, deel 2,
blz. 1127 e.v.
4. Homer D. Chapman en Parker F. Pratt: Methods of analysis for
soils plants and waters, blz. 99.
5. Instituut voor bodemvruchtbaarheid te Groningen: Onderzoek
methoden voor veen, turfstrooisel en tuinturf.
6. Handleiding Elektrofact laboratorium pH /mV meter type 53 A.
7. J. Ch. van Schouwenburg: Methods of Analysis of plant material,
blz. 30 (1968).

Grondlab. Sept 1968.

H.A.J. v. Rodijnen.

Voorschrift van de vervangende chloridebepaling
(mercurimetrisch) in gewas.

Apparatuur:maatkolven, 25 ml.erlenmeyers, 50 ml.trechters, polyaethyleen, ϕ 3 cm.extractieapparaat, elektrische kookplaatjes met regelbaar vermogen.stoombad.Reagentia:waterstofperoxyde, H_2O_2 ; 30%; p.a. (in koelkast bewaren).difenylcarbazoneoplossing, 0.5%;

Los op 500 mg difenylcarbazone in 100 ml ethanol 96%.

Bewaar de oplossing in een fles van bruin glas.

broomfenolblauwoplossing, 0.05%;

Los op 50 mg broomfenolblauw in 100 ml ethanol 96%.

Bewaar de oplossing in een fles van bruin glas.

salpeterzuur, HNO_3 ; 0.05 n;

3,7 ml salpeterzuur, 65%, 13.1 n, aanvullen met gedemineraliseerd water tot 1.0 l.

mercurinitraat, $Hg(NO_3)_2$; p.a.; ca. 0.01 n;1.082 g rood kwikoxide, HgO , oplossen in 1.1 ml HNO_3 65% en ca. 7 ml gedemineraliseerd water. Aanvullen tot 1.0 l met gedemineraliseerd water.

De pH van deze oplossing is 2.2.

Bewaren in een bruine fles. De oplossing stellen op de NaCl oplossing. Pipetteer 25.0 ml van de NaCl oplossing in een beker-glas van 250 ml. Voeg toe 10 ml gedemineraliseerd water en 10 druppels broomfenolblauw 0.05%. Dan HNO_3 0.05 n bijdruppelen tot de paarse kleur omslaat naar geel, 3.5 ml HNO_3 0.05 n + 10 dr. difenylcarbazone 0.5% toevoegen en titreren. Een blanco bepaling doen.

$$\text{Titer} = \frac{a}{2540 (V - V_0)}$$

a = mg afgevoegen NaCl

V = V_0 = ml getitreerd - blanco

De titer in 4 decimalen opgeven.

sodium chloride, NaCl; p.a.;

Ca 300 mg NaCl, in 4 decimalen noteren, gedurende 1 uur bij 300°C gedroogd, oplossen en aanvullen tot 1000.0 ml met gedemineraliseerd water.

salpetersuur, HNO₃; chem. s.; 65%.

Uitvoering van de analyse:

Van het gewas 250 mg afwegen in maatkolffjes van 25.0 ml. Toevoegen 15 ml gedemineraliseerd water en 10 minuten koken op de kookplaatjes van het extractieapparaat. Aanwarmen op stand 1 en koken op stand 0.5. Afkoelen en aanvullen met gedemineraliseerd water. Filtreren door Schut vouwfilter no. 214 Ø 12.5 cm. Van het filtraat 10.0 ml pipetteren in een erlenmeyer van 50 ml; toevoegen 3 ml waterstofperoxyde 30% en 2 uur op een heet stoombad laten staan, zonder horlogeglas. Na afkoelen het volume op ca. 35 ml brengen met gedemineraliseerd water. Dan 10 dr. broomfenolblauw toevoegen. Als de monsters blauw zijn, met HNO₃ 0.05 n druppelen tot geel en als de monsters al geel zijn, eerst met ammonia (1:1) tot blauw en dan met HNO₃ 0.05 n weer tot geel druppelen. Daarna 3.5 ml HNO₃ 0.05 n toevoegen en 10 druppels difenylcarbasone 0.5%. Titrezen met 0.01 n Hg (NO₃)₂ oplossing; kleuromslag van geel naar violet.

Berekening van de uitkomsten:

(getitreerde ml Hg (NO₃)₂ - blanco) x t x 35,4 = % Cl in luchtdroog gewas.

t = titer van de Hg (NO₃)₂ oplossing.

Resultaten opgeven in 2 decimalen.